

(12) **FASCICULE DE BREVET EUROPEEN**

(45) Date de publication et mention  
de la délivrance du brevet:  
30.06.1999 Bulletin 1999/26

(51) Int Cl.: **C07C 31/26, C12P 7/58,**  
**C07C 29/141, C07C 29/88,**  
**A61K 7/16**

(21) Numéro de dépôt: 95402491.5

(22) Date de dépôt: 07.11.1995

(54) **Compositions de polyols, son procédé de préparation et ses applications**  
**Polyol-Zusammensetzungen, Verfahren zu deren Herstellung und deren Anwendungen**  
**Polyol compositions, process for their preparation and their applications**

(84) Etats contractants désignés:  
**AT BE CH DE ES FR GB IT LI NL**

(30) Priorité: 10.11.1994 FR 9413583  
06.05.1995 US 467320

(43) Date de publication de la demande:  
15.05.1996 Bulletin 1996/20

(73) Titulaire: **Roquette Frères**  
**82136 Lestrem (FR)**

(72) Inventeurs:  
• **Lefevre, Philippe**  
**F-59600 Merville (FR)**

• **Salome, Jean-Paul**  
**F-59232 Vieux-Berquin (FR)**

(74) Mandataire: **Boulinguez, Didier et al**  
**Cabinet Plasseraud**  
**64, rue d'Amsterdam**  
**75440 Paris Cedex 09 (FR)**

(56) Documents cités:  
**EP-A- 0 168 315** **FR-A- 2 054 829**  
**FR-A- 2 177 931**

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la date de publication de la mention de la délivrance du brevet européen, toute personne peut faire opposition au brevet européen délivré, auprès de l'Office européen des brevets. L'opposition doit être formée par écrit et motivée. Elle n'est réputée formée qu'après paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

# **Patentansprüche**

1. Zusammensetzung von Polyolen, dadurch gekennzeichnet, daß sie eine optische Dichte von unterhalb oder gleich 0,100 in einem Test S aufweist, der besteht in:

- den zu testenden Sirup von Polyol auf eine Trockensubstanz von 40 Gew.-% zu bringen,
- zu 5 ml dieser Lösung 500 mg Natriumhydrogencarbonat in ultrareiner Qualität und 250 mg einer wäßrigen Lösung (20 %) von Ammoniak zu geben,
- das Ganze zu vermischen und 2 Stunden lang in einem Wasserbad auf 100 °C zu erhitzen ohne zu rühren,
- die Lösung auf 20 °C zu bringen und die optische Dichte der auf diese Weise erhaltenen Lösung bei einer Wellenlänge von 420 nm mit einem Spektrometer zu messen.

2. Zusammensetzung von Polyolen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie eine optische Dichte von unterhalb oder gleich 0,075, vorzugsweise von unterhalb oder gleich 0,060 und noch bevorzugter von unterhalb oder gleich 0,040 in dem Test S aufweist.

3. Zusammensetzung von Polyolen nach Anspruch 1 oder Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß sie nach der Totalhydrolyse gemäß der Methode von Bertrand einen Gehalt an Gesamtzuckern zwischen 3,5 % und 98 %, vorzugsweise zwischen 6 % und 92 % und noch bevorzugter zwischen 8 % und 90 % aufweist.

4. Zusammensetzung von Polyolen nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß sie 0,01 % bis 95 % hydrierte Mono- und/oder Disaccharide umfaßt, wobei die Ergänzung zu 100 % aus hydrierten Oligo- und Polysacchariden besteht.

5. Zusammensetzung von Polyolen nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß

- die hydrierten Monosaccharide aus der Gruppe gewählt werden, die Sorbitol, Iditol, Mannitol, Xylitol, Arabitol und Erythritol umfaßt und vorzugsweise unter Sorbitol, Mannitol und Xylitol ausgewählt werden, und
- die hydrierten Disaccharide aus der Gruppe gewählt werden, die Maltitol, hydrierte Maltulose, hydrierte Isomaltulose oder Isomalt (Mischung von Glucopyranosido-1,6-mannitol und Glucopyranosido-6-sorbitol), Isomaltitol, Lactitol, hydrierte Inulobiose umfaßt und vorzugsweise

unter Maltitol, Lactitol und hydrierter Isomaltulose ausgewählt werden.

6. Verfahren zur Herstellung einer stabilen Zusammensetzung von Polyolen, dadurch gekennzeichnet, daß man einen Sirup von Polyolen, erhalten durch katalytische Hydrierung von einfachen oder komplexen reduzierenden Zuckern, der Aufeinanderfolge der nachstehenden Stufen unterwirft:

- einer Stufe der Stabilisierung wie einer Fermentation, einer Oxidation oder einer Karamellisierung, die darauf abzielt, die optische Dichte des hydrierten Sirups auf einen Wert von unterhalb oder gleich 0,100, vorzugsweise von unterhalb oder gleich 0,075 und noch bevorzugter von unterhalb oder gleich 0,060 in dem Test S zu bringen, wie er in Anspruch 1 definiert ist, und
- einer Stufe der Reinigung des auf diese Weise erhaltenen hydrierten, stabilisierten Sirups.

7. Stabile Zusammensetzung von Polyolen, die geelget ist, nach dem Verfahren in Übereinstimmung mit Anspruch 6 erhalten zu werden.

8. Verwendung der Zusammensetzung von Polyolen nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 6 oder nach Anspruch 7 zur Herstellung von Produkten, erzeugt oder behandelt in Anwesenheit von Alkalien, die alkalische Mittel enthalten, oder erhalten bei hoher Temperatur.

## **Claims**

1. Polyol composition characterized in that it exhibits an optical density lower than or equal to 0.100 in an S test consisting of:

- bringing the polyol syrup to be tested to a solids content of 40% by weight,
- adding to 5 ml of this solution, 500 mg of sodium hydrogencarbonate of ultrapure quality and 250 mg of an aqueous solution containing 20% of ammonia,
- mixing the whole and heating it for 2 hours on a steam bath at 100°C without stirring being applied,
- bringing the solution to 20°C and measuring the optical density of the solution thus obtained at a wavelength of 420 nm by virtue of a spectrophotometer.

2. Polyol composition according to claim 1, characterized in that it exhibits an optical density lower than or equal to 0.075, preferably lower than 0.060, and more preferably lower than 0.040 in the S test.

3. Polyol composition according to claim 1 or 2, characterized in that it has a total sugar content, after total hydrolysis according to the Bertrand method, of between 3.5 and 98%, preferably between 6 and 92%, and more preferably between 6 and 80%. 5
4. Polyol composition according to any one of claims 1 to 3, characterized in that it includes from 0.01 to 95% of hydrogenated mono- and/or disaccharides, the remainder to 100% consisting of hydrogenated oligo- and polysaccharides. 10
5. Polyol composition according to any one of claims 1 to 4, characterized in that : 15
  - the hydrogenated monosaccharides are selected from the group comprising sorbitol, iditol, mannitol, xylitol, arabitol and erythritol, and preferably comprising sorbitol, mannitol and xylitol, 20
  - and the hydrogenated disaccharides are selected from the group comprising maltitol, hydrogenated maltulose, hydrogenated isomaltulose or isomalt (mixture of glucopyranosido-1,6-mannitol and glucopyranosido-6-sorbitol), isomaltitol, lactitol, hydrogenated inulobiose, and preferably comprising maltitol, lactitol and hydrogenated isomaltulose. 25
6. Process for the preparation of a stable polyol composition, characterized in that a polyol syrup obtained by catalytic hydrogenation of simple or complex reducing sugars is subjected to the sequence of the following stages : 30
  - a stabilization stage, such as a fermentation, an oxidation or a caramelization, aimed at bringing the optical density of the hydrogenated syrup to a value lower than or equal to 0.100, preferably lower than or equal to 0.075, and more preferably lower than or equal to 0.060 in the S test as defined in claim 1, 35
  - and a stage of purification of the stabilized hydrogenated syrup thus obtained. 40
7. Stable polyol composition capable of being obtained by the process in accordance with claim 6. 45
8. Use of the polyol composition according to any one of claims 1 to 5 or to claim 7 for the preparation of products made in the presence of alkalis, containing alkaline agents, or treated or obtained at high temperature. 50

55